

TRISAZO COMPOUND OR SALT THEREOF AND DYE-BASED POLARIZING FILM CONTAINING THE SAME

Publication number: JP2002105348

Publication date: 2002-04-10

Inventor: OTA YOSHITERU; HAYASHI SHIGETOSHI

Applicant: SUMITOMO CHEMICAL CO

Classification:

- International: **G02B5/30; C09B31/20; G02B5/30; C09B31/00;** (IPC1-7): C09B31/20; G02B5/30

- European:

Application number: JP20000303254 20001003

Priority number(s): JP20000303254 20001003

[Report a data error here](#)

Abstract of JP2002105348

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a dye covering a wavelength region of 500-560 nm in a polarizing film with high dyeability, durability and light resistance intended for liquid crystal projectors. SOLUTION: The objective trisazo compound (or a salt thereof) is shown by the formula (I) (A is a phenyl group having one or two group(s) selected from sulfo and carboxy and optionally having one or two group(s) selected from alkyl and alkoxy groups; R1 and R2 are each H, an alkyl or alkoxy; and B is aminophenyl).

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

Family list

1 family member for: **JP2002105348**

Derived from 1 application

[Back to JP2002105348](#)

**1 TRISAZO COMPOUND OR SALT THEREOF AND DYE-BASED POLARIZING FILM
CONTAINING THE SAME**

Inventor: OTA YOSHITERU; HAYASHI SHIGETOSHI

Applicant: SUMITOMO CHEMICAL CO

EC:

IPC: G02B5/30; C09B31/20; G02B5/30 (+3)

Publication info: JP2002105348 A - 2002-04-10

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-105348

(P2002-105348A)

(43) 公開日 平成14年4月10日 (2002. 4. 10)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テーマコード^{*}(参考)

C 0 9 B 31/20

C 0 9 B 31/20

2 H 0 4 9

G 0 2 B 5/30

G 0 2 B 5/30

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願2000-303254(P2000-303254)

(22) 出願日 平成12年10月3日 (2000. 10. 3)

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 太田 義輝

大阪市此花区春日出中3丁目1番98号 住

友化学工業株式会社内

(72) 発明者 林 成年

大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化

学工業株式会社内

(74) 代理人 100093285

弁理士 久保山 隆 (外2名)

Fターム(参考) 2H049 BA02 BA26 BB43 BC03 BC22

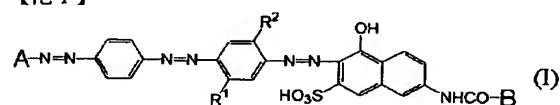
(54) 【発明の名称】 トリスアゾ化合物又はその塩及びそれらを含有する染料系偏光膜

(57) 【要約】

【課題】 染色性、耐久性、耐光性に優れた液晶プロジェクター用の偏光膜において、500～560nmの範囲の領域をカバーする染料の提供。

【解決手段】 下式 (I)

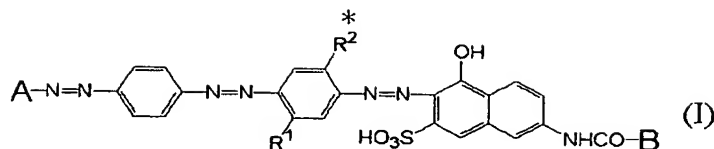
【化1】



(Aはスルホ及びカルボキシルから選ばれる1～2個の基を有し、更にアルキル及びアルコキシから選ばれる1～2個の基を有してもよいフェニル、R¹及びR²は水素、アルキル、アルコキシ、Bはアミノフェニルを表す。)で示されるトリスアゾ化合物又はその塩。

【特許請求の範囲】

【請求項1】下式(1)



(式中、Aは、スルホ及びカルボキシルから選ばれる1若しくは2個の基を有し、更に、低級アルキル及び低級アルコキシから選ばれる1若しくは2個の基を有していてもよいフェニルを表し、R¹及びR²は、同一又は相異なり、水素、低級アルキル又は低級アルコキシを表し、Bはアミノフェニルを表す。)で示されるトリスアゾ化合物又はその塩。

【請求項2】R¹及びR²が、同一又は相異なり、水素、メチル又はメトキシである請求項1に記載のトリスアゾ化合物又はその塩。

【請求項3】請求項1又は2に記載のトリスアゾ化合物又はその塩を偏光膜基材に含有してなる染料系偏光膜。

【請求項4】偏光膜基材が、ポリビニルアルコール系の樹脂からなるフィルムである請求項3に記載の染料系偏光膜。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、トリスアゾ化合物又はその塩及びそれらを含有してなる染料系偏光膜に関するものである。

【0002】

【従来の技術】偏光膜は、延伸配向したポリビニルアルコール系のフィルム又は、ポリ塩化ビニルフィルムの脱塩酸若しくはポリビニルアルコール系フィルムの脱水によりポリエンを生成して配向せしめたポリエン系のフィルムなどの偏光膜基材に、偏光素子としてヨウ素や二色性染料を含有させて製造される。これらのうち、ヨウ素※

※系偏光膜は、初期偏光性能には優れるものの、熱に対する耐久性や水に対する耐久性が劣るため、高温・高湿の状態ではその性能が低下するという問題がある。このような耐久性を向上させるために、ホルムアルデヒド又はホウ酸を含む水溶液で処理する方法や、透湿度の低い高分子フィルムを保護膜として用いる方法などが考えられているが、未だ十分とはいえない。

【0003】一方、偏光素子として二色性染料を用いた染料系偏光膜は、ヨウ素系偏光膜に比べて熱及び水に対する耐久性に優れるものの、一般に初期偏光性能が劣る傾向があり、特に初期偏光性能に優れた偏光膜用染料が要望されている。

【0004】

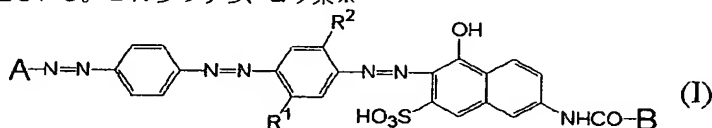
【発明が解決しようとする課題】本発明者は、偏光膜製造時の染色性が良好であり、偏光性能や、高温、高湿条件における耐久性及び耐光性に優れ、且つ、高分子フィルムに2種類以上の二色性染料を吸着配向させてなる液晶プロジェクター用途等の偏光膜において、500～560nmの範囲の領域をカバーする染料を探索した結果、特定のトリスアゾ化合物又はその塩が上記目的を達成することを見出して、本発明を完成するに至った。

【0005】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、(イ)下式(1)

【0006】

【化2】



【0007】(式中、Aは、スルホ及びカルボキシルから選ばれる1若しくは2個の基を有し、更に、低級アルキル及び低級アルコキシから選ばれる1若しくは2個の基を有していてもよいフェニルを表し、R¹及びR²は、同一又は相異なり、水素、低級アルキル又は低級アルコキシを表し、Bはアミノフェニルを表す。)で示されるトリスアゾ化合物又はその塩、並びに、(ロ)上記(イ)のトリスアゾ化合物又はその塩を偏光膜基材に含有してなる染料系偏光膜を提供するものである。

【0008】

【発明の実施の形態】上式(1)におけるAは、スルホ

及びカルボキシルから選ばれる基を1若しくは2個有しており、更に、低級アルキル及び低級アルコキシから選ばれる1若しくは2個の基を有していてもよいフェニルである。上記Aで示されるフェニルとしては、例えば2-、3-又は4-スルホフェニル、2-、3-又は4-カルボキシフェニル、2-、4-又は2-、5-ジスルホフェニル、3-、5-ジカルボキシフェニル、2-カルボキシ-4-又は-5-スルホフェニル、2-又は3-メチル-4-スルホフェニル、2-又は3-メチル-4-カルボキシフェニル、2-、5-ジメチル-4-スルホフェニル、2-、5-ジメチル-4-カルボキシフェニル、2

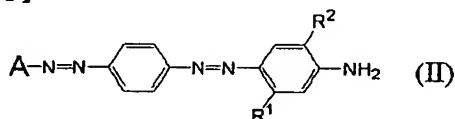
ー又は3-メトキシ-4-スルホフェニル、2-又は3-メトキシ-4-カルボキシフェニル、2, 5-ジメトキシ-4-スルホフェニル、及び、2, 5-ジメトキシ-4-カルボキシフェニル等が挙げられる。

【0009】 R^1 及び R^2 は、同一又は相異なり、水素、低級アルキル又は低級アルコキシであり、該低級アルキル及び低級アルコキシとしては、炭素数1~4の直鎖もしくは分岐状のものが好ましい。低級アルキルの具体例としては、メチル、エチル及びプロピルなどが挙げられる。また、低級アルコキシの具体例としては、メトキシ、エトキシ及びプロポキシ等が挙げられる。上記の R^1 及び R^2 としては、水素、メチル又はメトキシが好ましく、中でも水素又はメチルが好ましい。

【0010】トリスアゾ化合物(1)又はその塩は、例えば、以下に述べる方法によって製造することができる。即ち、先ず、下式(II)

【0011】

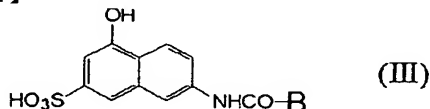
【化3】



【0012】(式中、A、 R^1 及び R^2 は前記の意味を表す。)で示される化合物を、酸性の水性媒体中、5~40℃の条件下で亜硝酸ナトリウムと反応させて、ジアゾ化する。得られたジアゾ化合物を、下式(III)

【0013】

【化4】



【0014】(式中、Bは前記の意味を表す。)で示される化合物と、水性媒体中、5~40℃、pH6~9の条件下でカップリング反応させることにより、式(1)で示されるトリスアゾ化合物又はその塩を得ることができる。

【0015】上記トリスアゾ化合物(1)が塩の形で存在する場合、その塩としては、例えば、リチウム、ナトリウムやカリウム塩のようなアルカリ金属塩、アンモニウム塩、及び、エタノールアミン塩やアルキルアミン塩の様な有機アミン塩等が挙げられる。トリスアゾ化合物(1)を偏光膜基材に含有させる場合は、ナトリウム塩の形で用いるのが好ましい。

【0016】トリスアゾ化合物(1)又はその塩を偏光膜基材に含有させて偏光膜とする場合は、他の有機染料と併用することにより、色相を補正し、偏光性能を向上させることができる。この場合に用いられる有機染料としては、二色性の高いものであればいかなる染料でもよ

いが、特に耐光性に優れる染料を選択することにより、液晶プロジェクター用途に適した偏光膜とすることができる。

【0017】かかる有機染料の具体例としては、容易に入手可能な市販品であり、カラー・インデックス・ジェネリック・ネーム(Color Index Generic Name)と商品名で表して、以下のものが例示され、各商品名のものは、住友化学工業(株)から販売されている。

【0018】

- | | |
|----|---|
| 10 | シー・アイ・ダイレクト・イエロー 12
(商品名 Chrysophenine)
シー・アイ・ダイレクト・イエロー 28
(商品名 Sumilight Supra Yellow BC conc.)
シー・アイ・ダイレクト・イエロー 44
(商品名 Direct Fast Yellow GC)
シー・アイ・ダイレクト・オレンジ 26
(商品名 Direct Fast Orange S)
シー・アイ・ダイレクト・オレンジ 39
(商品名 Sumilight Supra Orange 2GL 125%) |
| 20 | シー・アイ・ダイレクト・オレンジ 107
(商品名 Sumilight Supra Orange GD extra conc.)
シー・アイ・ダイレクト・レッド 2
(商品名 Benzopurpurine 4B)
シー・アイ・ダイレクト・レッド 31
(商品名 Nippon Fast Red BB conc.)
シー・アイ・ダイレクト・レッド 79
(商品名 Sumilight Supra Red 4BL 170%)
シー・アイ・ダイレクト・レッド 81
(商品名 Sumilight Red 4B) |
| 30 | シー・アイ・ダイレクト・レッド 247
(商品名 Japanol Fast Red FA) |
- 【0019】本発明の染料系偏光膜(ロ)は、トリスアゾ化合物(1)又はその塩からなる、或いは、さらに他の有機染料を含んでなる二色性染料を偏光膜基材である高分子フィルムに公知の方法で含有させることにより、製造することができる。この高分子フィルムとしては、例えば、ポリビニルアルコール系の樹脂、ポリ酢酸ビニル樹脂、エチレン/酢酸ビニル(EVA)樹脂、ナイロン樹脂、ポリエステル樹脂などからなるものが利用される。ここでいうポリビニルアルコール系の樹脂には、ポリ酢酸ビニルの部分又は完全ケン化物であるポリビニルアルコール自体のほか、ケン化EVA樹脂のような、酢酸ビニルと他の共重合可能な単量体、例えば、エチレンやプロピレンのようなオレフィン類、クロトン酸やアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸のような不飽和カルボン酸類、不飽和スルホン酸類、ビニルエーテル類などの共重合体のケン化物、さらにはポリビニルアルコールをアルデヒドで変性したポリビニルホルマールやポリビニルアセタールなども包含される。偏光膜基材として

ルアルコールフィルムが、染料の吸着性及び配向性の点から、好適に用いられる。

【0020】このような高分子フィルムに二色性染料を含有させるにあたっては、通常、高分子フィルムを染色する方法が採用される。染色は、例えば次のようにして行うことができる。まず、二色性染料を水に溶解して染浴を調製する。染浴中の染料濃度は特に制限されないが、通常は0.0001～10重量%の範囲から選択される。また、必要により染色助剤を用いてもよく、例えば、芒硝を染浴中で1～10重量%用いるのが好適である。このようにして調製した染浴に高分子フィルムを浸漬し、染色を行う。染色温度は、好ましくは40～80℃である。二色性染料の配向は、高分子フィルムを延伸することによって行われる。延伸する方法としては、例えば湿式法や乾式法など、公知のいずれの方法を採用してもよい。高分子フィルムの延伸は、染色の前に行っても、染色の後に行ってもよい。

【0021】二色性染料を含有させ、配向させた高分子フィルムは、必要に応じて、公知の方法によりホウ酸処理などの後処理が施される。このような後処理は、偏光膜の光線透過率、偏光度及び耐久性を向上させる目的で行われる。ホウ酸処理の条件は、用いる高分子フィルムの種類や用いる染料の種類によって異なるが、一般的に*

*は、ホウ酸水溶液のホウ酸濃度を1～15重量%、好ましくは5～10重量%の範囲とし、処理は30～80℃、好ましくは50～80℃の温度範囲で行われる。さらには必要に応じて、カチオン系高分子化合物を含む水溶液でフィックス処理を併せて行ってもよい。

【0022】このようにして得られる染料系偏光膜は、その片面又は両面に、光学的透明性及び機械的強度に優れる保護膜を貼合して、偏光板とすることができる。保護膜を形成する材料は、従来から使用されているものでよく、例えば、セルロースアセテート系フィルムやアクリル系フィルムのほか、四フッ化エチレン/六フッ化プロピレン共重合体のようなフッ素樹脂系フィルム、ポリエステル系フィルム、ポリオレフィン系フィルム、ポリアミド系フィルムなどが用いられる。

【0023】

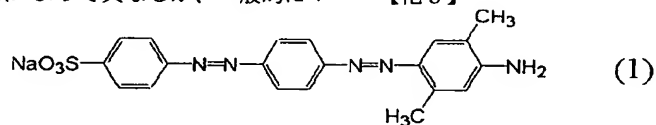
【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例により、何ら限定されるものではない。例中の「%」及び「部」は、特記ない限り、重量%及び重量部である。

【0024】実施例1

下式(1)

【0025】

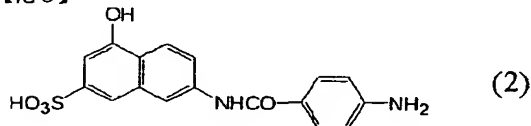
【化5】



【0026】で示される化合物4、5部と亜硝酸ナトリウム1.08部を水90部とN-メチルピロリドン45部の混合液に加え、常温で攪拌しながら、35%塩酸10部を加えて、2時間攪拌し、ジアゾ体を得た。他方、遊離酸の形が下式(2)

【0027】

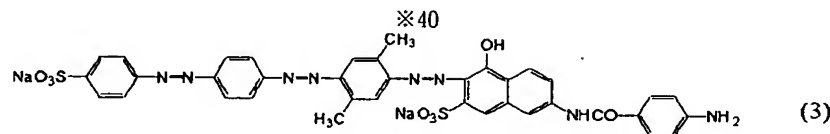
【化6】



※【0028】で示される化合物4、7部を水50部に加えて、常温でpH7.5に調整した。攪拌下に、先に得たジアゾ体を2時間かけて仕込み、更に2時間保温して、下式(3)

【0029】

【化7】



【0030】で示されるトリシアゾ化合物を得た。該化合物は、水性媒体中で λ_{\max} 549nmを示した。

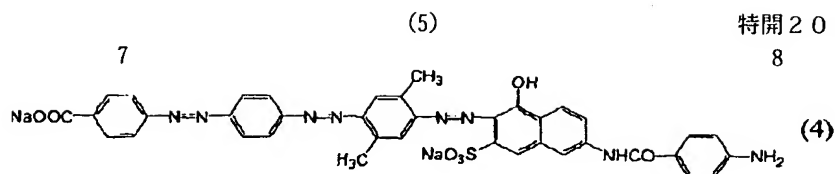
【0031】実施例2

原料化合物を変更する以外は、実施例1に準拠することにより、それぞれ、下式(4)、(5)、(6)、

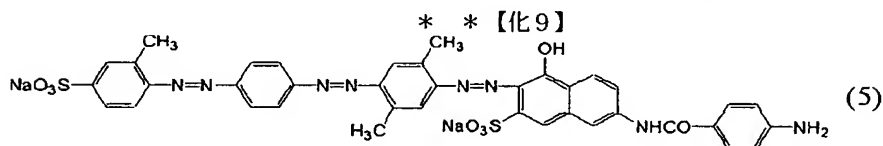
(7)及び(8)で示されるトリシアゾ化合物の塩を得ることができる。

【0032】

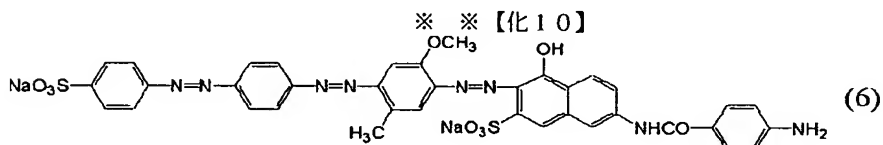
【化8】



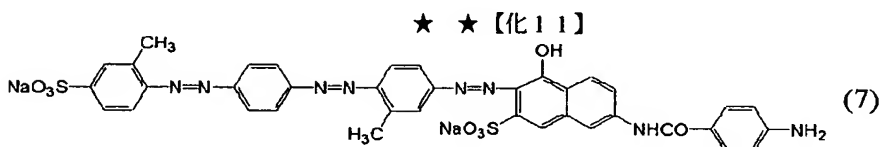
【0033】



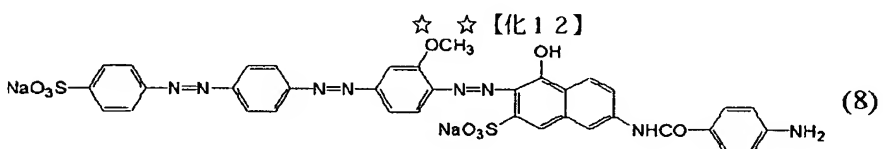
【0034】



【0035】



【0036】



【0037】実施例3

厚さ75 μ mのポリビニルアルコールフィルム〔クラレビニロン#7500、(株)クラレ製品〕を縦一軸に5倍延伸して、偏光膜基材とした。このポリビニルアルコールフィルムを緊張状態に保ったまま、実施例1で得られた式(3)で示されるトリシアゾ化合物の塩を0.025%、染色助剤である芒硝を2.0%の濃度とした70℃の水溶液に浸漬した。次に78℃の7.5%ホウ酸水溶液に5分間浸漬したのち取り出して、20℃の水で20秒間洗浄し、50℃で乾燥することにより、偏光膜を得た。得られた偏光膜の λ_{\max} (膜の延伸方向の透過率が最小となる波長)は550nmであり、この偏光膜は高い偏光度を有し、高温・高湿の状態でも長時間にわたる耐久性を示した。また、長時間暴露に対する耐光性にも優れていた。

【0038】実施例4

染色浴の温度を65℃に、またホウ酸処理の温度を73℃に変更して、実施例3と同様の処理を施すことにより

偏光膜を得た。得られた偏光膜の λ_{\max} は550nmであった。この偏光膜は高い偏光度を有し、高温・高湿の状態でも長時間にわたる耐久性を示した。また、長時間暴露に対する耐光性にも優れていた。

【0039】実施例5

式(3)で示されるトリシアゾ化合物の塩0.025%に加えて、シー・アイ・ダイレクト・オレンジ39を0.01%用いた他は、実施例3と同様の方法により偏光膜を得た。得られた偏光膜は、高い偏光度を有し、高温・高湿の条件下での耐久性と長時間暴露に対する耐光性に優れていた。該偏光膜の λ_{\max} は540nmであった。

【0040】

【発明の効果】本発明の染料系偏光膜は、沃素を用いた偏光膜に匹敵する高い偏光性能を示し、又、耐久性と長時間暴露に対する耐光性に優れるので、各種液晶表示体、なかでも高い偏光性能と耐光性を必要とする液晶プロジェクター用途に好適である。